

УДК 53.087.3:543.423

**Н. Н. Никульченков^{1*}, А. Б. Логинов², О. И. Пятунина³, К. Г. Ильясова³,
А. А. Фебенчукова³, И. М. Касьянов³, А. Ю. Минаков³**

¹Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург

²Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, г. Москва

³Бийский лицей-интернат Алтайского края, г. Бийск

**nikolai.nikulchenkov@urfu.ru*

Научные руководители: проф., д-р техн. наук М. Л. Лобанов; начальник
лаборатории Национального исследовательского университета МИЭТ
Б. А. Логинов

ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ АМОРФИЗИРУЮЩИХСЯ ТОНКИХ СЛОЕВ СИСТЕМЫ Fe–Si–Cu–Mg–O

Методом зондовой сканирующей микроскопии анализировалась структура поверхности тонкой аморфной пленки, полученной в результате взаимодействия термостойкого покрытия MgO с поверхностью технического сплава Fe–3 %Si–0,5 %Cu при отжиге до температуры 1060 °С. Показано удовлетворительное согласие результатов зондовой микроскопии, терморентгенографии и сканирующей электронной микроскопии.

Ключевые слова: аморфизация, Fe–3 %Si, рентгеновский фазовый анализ, анализатор тлеющего разряда, зондовая микроскопия

**N. N. Nikul'chenkov, A. B. Loginov, O. I. Pyatunina, K. G. Il'yasova,
A. A. Febenchukova, I. M. Kas'yanov, A. Yu. Minakov**

PROBE MICROSCOPY OF Fe–Si–Cu–Mg–O SYSTEM'S AMORFIZATING THIN LAYERS

Surface structure of thin amorphous film was being analyzed using probe scanning technique. The film was obtained by interaction of thermostable MgO coating with Fe–3 %Si–0,5 %Cu alloy surface at annealing until 1060 °C temperature. Results accordance of probe microscopy, non-ambient x-ray diffraction and scanning electron microscopy has been showed as satisfactory.

Key words: amorphization, Fe–3 %Si, non-ambient x-ray diffraction analysis, GDOS, probe microscopy

Тонкие пленки, как «представители» изделий нанотехнологий, до настоящего времени являются объектом пристальных исследований. Ввиду того, что применять традиционные методы пробоподготовки к объектам подобного типа затруднительно, закономерности формирования их структуры остаются слабо изученными. При исследовании структуры и фазового состава поверхности сплава Fe–3 %Si–0,5 %Cu [1] с нанесенным покрытием MgO при отжиге был обнаружен интересный эффект образования аморфной фазы на основе Fe [2] в слое толщиной ~ 2 мкм.

Настоящая работа посвящена анализу структуры тонкой пленки, аморфизирующей при нагреве, в системе Fe–Si–Cu–Mg–O.

Для исследования использовались образцы обезуглероженного сплава Fe–3 %Si–0,5 %Cu. На поверхность образцов наносился водный раствор дисперсного порошка MgO. Образцы с нанесенным покрытием отжигались в печи с атмосферой 95 %N₂+5 %H₂ со скоростью 0,004 °C/с в температурном интервале 20...1060 °C с последующим медленным охлаждением.

Терморентгеновский анализ (РФА) поверхности образцов проводили на дифрактометре Bruker D8 Advance с использованием термокамеры AntonPaar НТК 1200N в излучении K_α Co. Подготовительную обработку поверхности к исследованию проводили на аппарате GDA-750 (анализатор тлеющего разряда) [1; 3]. Анализ формы кратеров (рис. 1), образовавшегося в результате испарения вещества, при помощи оптического микроскопа показал, что ионное травление позволяет выявлять микроструктуру образцов. Для проведения структурных исследований применялся зондовый сканирующий микроскоп СММ-2000 (изготовитель — завод ПРОТОН, г. Москва).

При исследовании области взаимодействия сплава Fe–3 %Si–0,5 %Cu с термостойким покрытием MgO терморентгеновским анализом был подтвержден обнаруженный ранее эффект аморфизации твердого раствора на основе железа в тонком слое [3].

Проведенная зондовая сканирующая микроскопия показала (рис. 2), что на глубине ~ 5 мкм фиксируется геометрически строгий рельеф, соответствующий кристаллографической структуре твердого раствора. Вероятно, что ступенчатый рельеф определяется проекциями на ис-

следуемую поверхность расстояний между источниками дислокаций внутри зерен (рис. 2, *в*, *е*, *и*).

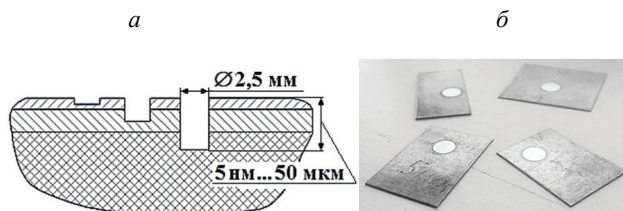


Рис. 1. Получение металлографических поверхностей с использованием анализатора тлеющего разряда:
а — схема; *б* — образцы после обработки на GDA-750

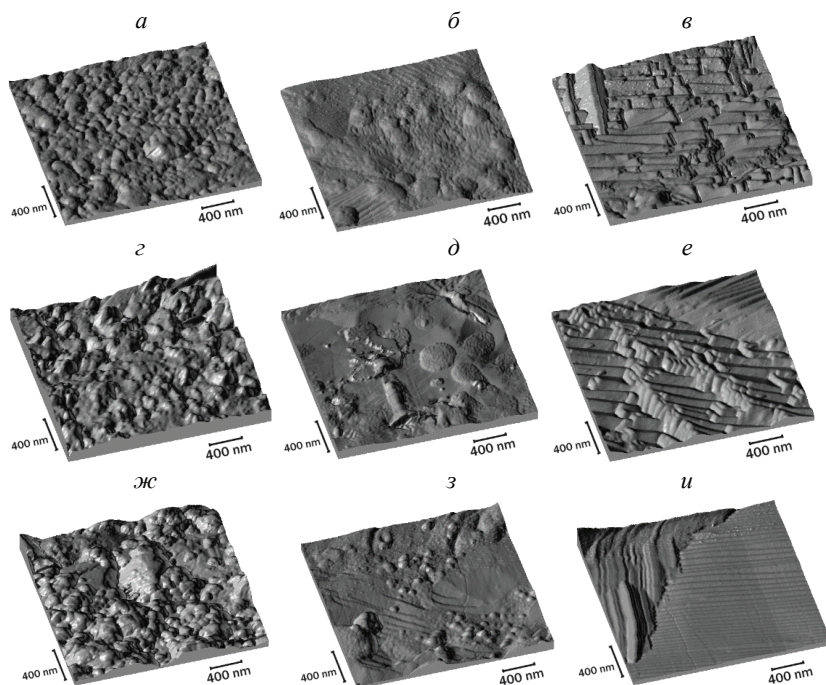


Рис. 2. Рельеф поверхности образцов, зафиксированный зондовой микроскопией, на различной глубине, после отжига при температурах:

а, б, в — 730 °С; *г, д, е* — 780 °С; *ж, з, и* — 1000 °С; *а, г, ж* — ~ 0 мкм;
б, д, з — ~ 1 мкм; *в, е, и* — ~ 5 мкм

Выявлено, что на поверхности, залегающей на глубине ~ 1 мкм (рис. 2, *б, д, з*), в матрице, частично повторяющей рельеф зерен, при-

сутствуют округлые выделения. С повышением температуры наблюдается уменьшение количества крупных выделений и увеличение количества мелких.

Рельеф поверхности образцов (~ 0 мкм) (рис. 2, а, з, ж) при 680–900 °С является достаточно однородным. Повышение температуры приводит к заметной «разнозернистости» и, соответственно, увеличению шероховатости поверхности.

Зафиксированная эволюция частиц в интервале исследуемых температур согласуется с представлениями [2] о диффузионной аморфизации твердого раствора за счет перехода в него комплексов Mg_2Si из форстеритных оболочек оксидных частиц [3].

Литература

1. Lobanov M. L., Yurovskikh A. S. Thermochemical Treatment of Anisotropic Electrical Steel // Met. Sci. Heat Treat. 2017. V. 58. P. 5667–5673.
2. The Effect of Copper and Manganese on the Amorphization Process in a Thin Fe–Si–Mg–O Film / A. S Yurovskikh [et al.] // KnE Engineering. 2019. P. 164–169.
3. Characterization of chemical information and morphology for in-depth oxide layers in decarburized electrical steel with glow discharge sputtering / S. Jung [et al.] // Surf. Interface Anal. 2013. V. 45. P. 1119–1128.